

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2001 年 5 月 25 日 (25.05.2001)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/36719 A1

- (51) 国際特許分類: C30B 29/06, 15/20, 33/02, H01L 21/26, 21/322, 27/12
- (21) 国際出願番号: PCT/JP00/07809
- (22) 国際出願日: 2000 年 11 月 7 日 (07.11.2000)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願平 11/322487
1999 年 11 月 12 日 (12.11.1999) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半
導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.)
[JP/JP]; 〒100-0005 東京都千代田区丸の内 1 丁目 4 番 2
号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてののみ): 飯田 誠 (IIDA, Makoto) [JP/JP]. 木村 雅規 (KIMURA, Masanori) [JP/JP]; 〒379-0196 群馬県安中市磯部 2 丁目 13 番 1 号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内 Gunma (JP).
- (74) 代理人: 好宮 幹夫 (YOSHIMIYA, Mikio); 〒111-0041 東京都台東区元浅草 2 丁目 6 番 4 号 上野三生ビル 4F Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (国内): KR, US.
- (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: SILICON SINGLE CRYSTAL WAFER AND PRODUCTION METHOD THEREOF AND SOI WAFER

(54) 発明の名称: シリコン単結晶ウエーハおよびその製造方法並びに SOI ウエーハ

(57) Abstract: A silicon single crystal wafer grown by a CZ method, wherein nitrogen is doped, the entire surface thereof consists of an N-region and its interstitial oxygen concentration is up to 8 ppma, or, wherein nitrogen is doped, at least void type defects and dislocation clusters have been removed from the entire surface and its interstitial oxygen concentration is up to 8 ppma; and a production method thereof; whereby providing a defect-free silicon single crystal wafer having void type defects and dislocation clusters removed under stable, easy-to-control production conditions with a wide control range and consisting of an N-region on the entire surface thereof, and providing a production method thereof.

(57) 要約:

CZ 法によって育成されたシリコン単結晶ウエーハであって、窒素がドーピングされ、全面 N-領域からなり、かつ格子間酸素濃度が 8 ppma 以下、或は窒素がドーピングされ、全面から少なくともボイド型欠陥と転位クラスターが排除されており、かつ格子間酸素濃度が 8 ppma 以下であるシリコン単結晶ウエーハおよびその製造方法。これによって、制御幅が広く、制御し易い安定した製造条件の下で、ボイド型欠陥や転位クラスターを排除した全面 N-領域からなる CZ 法による無欠陥シリコン単結晶ウエーハおよびその製造方法が提供される。

WO 01/36719 A1

明 細 書

シリコン単結晶ウエーハおよびその製造方法並びにS O I ウエーハ

5 技術分野

本発明は、窒素がドーブされ、結晶欠陥が殆どない無欠陥シリコン単結晶ウエーハおよびその製造方法に関するものである。

背景技術

- 10 近年、D R A M等の半導体回路の高集積化に伴う素子の微細化に伴い、その基板となるチョクラルスキー法（以下、C Z法と略記することがある）で作製されたシリコン単結晶に対する品質要求が高まってきている。特に、F P D、L S T D、C O P等のグローニン（G r o w n - i n）欠陥と呼ばれ、酸化膜耐圧特性やデバイスの特性を悪化させる、単結晶
- 15 成長起因の欠陥が存在し、その密度の低減とサイズの縮小が重要視されている。

- これらの欠陥を説明するに当たって、先ず、シリコン単結晶に取り込まれるベイカンシイ（V a c a n c y、以下Vと略記することがある）と呼ばれる空孔型の点欠陥と、インターstitial-Si（I n t e r s t i t i a l - S i、以下Iと略記することがある）と呼ばれる格子間型シリコン点欠陥のそれぞれの取り込まれる濃度を決定する因子について、一般的に知られていることを説明する。

- シリコン単結晶において、V-領域とは、V a c a n c y、つまりシリコン原子の不足から発生する凹部、穴のようなものが多い領域であり、
- 20 I-領域とは、シリコン原子が余分に存在することにより発生する転位や余分なシリコン原子の塊が多い領域のことであり、そしてV-領域とI-領域の間には、原子の不足や余分が無い（少ない）ニュートラル領域（N e u t r a l 領域、以下N-領域と略記することがある）が存在していることになる。そして、前記グローニン欠陥（F P D、L S T
- 25

D、COP等)というのは、あくまでもVやIが過飽和な状態の時に発生するものであり、多少の原子の偏りがあっても、飽和以下であれば、欠陥としては存在しないことが判ってきた。

この两点欠陥の濃度は、CZ法における結晶の引上げ速度(成長速度)

5 Fと結晶中の固液界面近傍の温度勾配Gとの関係から決まることが知られている。また、Vー領域とIー領域との間のNー領域には、OSF(酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault)と呼ばれるリング状に発生する欠陥の存在が確認されている。OSFは、単結晶をスライスしてウエーハとした時に、ウエーハ面内で同心円状に発生することから、OSFリングと呼ばれている。

これら結晶成長起因の欠陥を分類すると、例えば成長速度が0.6 mm/min前後以上と比較的高速の場合には、空孔タイプの点欠陥が集合したボイド起因とされているFPD、LSTD、COP等のボイド型欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はVーリッチ領域(過飽和の空孔がボイド欠陥を形成した領域)と呼ばれている。また、成長速度が0.6 mm/min以下の場合には、成長速度の低下に伴い、上記したOSFリングが結晶の周辺から発生し、このリングの外側に転位ループ起因と考えられているL/D(Large Dislocation: 格子間転位ループの略号、LSEPD、LFPD等)の欠陥が低密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はIーリッチ領域(過飽和の格子間シリコンが転位ループ欠陥を形成した領域)と呼ばれている。さらに、成長速度を0.4 mm/min前後以下に低速にすると、OSFリングがウエーハの中心に凝集して消滅し、全面がIーリッチ領域となる。

25 また、最近Vーリッチ領域とIーリッチ領域の中間でOSFリングの外側に、空孔起因のFPD、LSTD、COPも、転位ループ起因のLSEPD、LFPDも、さらにはOSFも存在しないNー領域の存在が発見されている。この領域はOSFリングの外側にあり、そして、酸素析出熱処理を施し、X-ray観察等で析出のコントラストを確認した

場合に、酸素析出がほとんどなく、かつ、LSEPD、LFPDが形成されるほどリッチではないI-リッチ領域側である。

さらに、OSFリングの内側にも、空孔起因のボイド型欠陥も、転位ループ起因の欠陥も存在せず、OSFも存在しないN-領域の存在が確認されている。

これらのN-領域は、通常の方法では、成長速度を下げた時に成長軸方向に対して斜めに存在するため、ウェーハ面内では一部分にしか存在しなかった。

このN-領域について、ボロニコフ理論 (V. V. Voronkov ;
Journal of Crystal Growth, 59 (1982) 625~643) では、引上げ速度 (F) と結晶固液界面軸方向温度勾配 (G) の比である F/G というパラメータが点欠陥のトータルな濃度を決定すると唱えている。このことから考えると、面内で引上げ速度は一定のはずであるから、面内でGが分布を持つために、例えば、ある引上げ速度では中心がV-リッチ領域でN-領域を挟んで周辺でI-リッチ領域となるような結晶しか得られなかった。

そこで最近、面内のGの分布を改良して、この斜めでしか存在しなかったN-領域を、例えば、引上げ速度Fを徐々に下げながら引上げた時に、ある引上げ速度でN-領域が横全面に広がった結晶が製造できるようになった。また、この全面N-領域の結晶を長さ方向へ拡大するには、このN-領域が横に広がった時の引上げ速度を維持して引上げればある程度達成できる。また、結晶が成長するに従ってGが変化することを考慮し、それを補正して、あくまでも F/G が一定になるように、引上げ速度を調節すれば、それなりに成長方向にも、全面N-領域となる結晶が拡大できるようになった。

すなわち、CZ結晶引上げ時の F/G を制御し、全面N-領域で引き上げるによりボイド型欠陥および転位クラスターを低減することが可能となったが、 F/G の制御幅のマージンが非常に狭いという問題があった。

一方、従来から、窒素をドーピングしたシリコン単結晶が、FZシリコン中の欠陥を減らすことが知られており、この方法は、窒素の特異な酸素析出特性等を利用してながらCZ法にも応用されている。

5 そこで、本発明者らは、特願平11-022919号で、窒素をドーピングすることによりN-領域が拡大することを利用して、全面N-領域のウェーハの歩留りおよび生産性を向上させる製造条件を提案した。

10 しかし、窒素をドーピングした場合に、ボイド型欠陥がなく、I-リッチ領域に見られるような転位クラスターのないN-領域が大きく拡大することは確かであるが、そのほとんどはOSF領域を含んだN-領域であり、無欠陥ウェーハとして実際に使用することのできるOSF領域を含まないN-領域の拡大は比較的少なかった。

15 また、この窒素をドーピングした場合のOSF領域は、窒素ノンドープのOSF領域に比べてOSF核の密度が数倍高く、さらにそのOSF核が起因となって発生する転位ループが存在し、デバイスに悪影響を及ぼすという問題もあった。

発明の開示

20 そこで、本発明は、このような問題点に鑑みなされたもので、窒素をドーピングした場合のOSF領域を含むN-領域で引上げた結晶を無欠陥ウェーハとして使用するにはOSF領域を不活性化することが必要で、そのための結晶引上げ条件を探索し、制御幅が広く、制御し易い安定した製造条件の下で、ボイド型欠陥や転位クラスターを排除した全面N-領域からなるCZ法によるシリコン単結晶ウェーハを高生産性、高歩留りを維持しながら製造することを目的とする。

25 本発明は、前記目的を達成するために為されたもので、本発明のシリコン単結晶ウェーハは、チョクラルスキー法によって育成されたシリコン単結晶ウェーハであって、窒素がドーピングされ、全面N-領域からなり、かつ格子間酸素濃度が8ppm以下であることを特徴とするシリコン単結晶ウェーハである。

このように、シリコンウエーハの格子間酸素濃度を 8 p p m a 以下としたことによって、N-領域中に O S F 領域が含まれていたとしても、その O S F 領域から O S F が発生することではなく、セコエッチングにより転位ループが観察されることもなく、デバイス特性に影響を及ぼすような欠陥が存在しない実質的な無欠陥ウエーハとなる。

そして、本発明のシリコン単結晶ウエーハは、チョクラルスキー法によって育成されたシリコン単結晶ウエーハであって、窒素がドーブされ、全面から少なくともボイド型欠陥と転位クラスターが排除されており、かつ格子間酸素濃度が 8 p p m a 以下であることを特徴とするシリコン単結晶ウエーハである。

このように、結晶全面から少なくともボイド型欠陥と転位クラスターが排除されており、酸素濃度が 8 p p m a 以下であるので、上記と同様に実質的な無欠陥ウエーハとなる。

これらの場合、格子間酸素濃度を 5 p p m a 以下とすることができる。

このように、酸素濃度が 5 p p m a 以下であれば、ほぼ完全に無欠陥シリコン単結晶ウエーハとすることができるので、このウエーハを用いて酸化膜耐圧 (T Z D B (Time Zero Dielectric Breakdown)) を測定した場合、ほぼ 1 0 0 % の良品率が得られる。

また、これらの場合、ドーブされた窒素濃度を $1 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上とすることができる。

このように、窒素濃度が $1 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上であれば、窒素の酸素析出促進効果により、低酸素でありながら、バルク部においてある程度の酸素析出が得られるため、I G (I n t r i n s i c G e t t e r i n g、内部ゲッターリング) 効果が期待できる。

さらに、本発明のシリコン単結晶ウエーハは、ドーブされた窒素濃度が $5 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上であることが好ましい。

このように、窒素濃度が $5 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上であればさらに酸素析出促進効果が向上し、I G 効果が高いものとなる。

そして本発明では、前記シリコン単結晶ウエーハの一主面に、E G 処

理が施されているシリコン単結晶ウエーハが提供される。

このように、窒素濃度を高めることによりある程度の I G 効果が期待できるが、それだけでは不十分である場合もあるので、デバイスが作製される主面とは反対側の主面に、例えば P B S (ポリバックシール (登録商標)) や B S D (バックサイドダメージ) などの E G (E x t r i n s i c G e t t e r i n g、外部ゲッタリング) 処理を施すことが好ましい。

さらに本発明では、前記シリコン単結晶ウエーハを、S O I 層として用いた S O I ウエーハも提供される。

10 このような実質的に無欠陥ウエーハを S O I (S i l i c o n O n
I n s u l a t o r) 層として使用すれば、ボイド型欠陥が S O I 層を貫通するために生ずる絶縁不良が発生せず、また、C Z ウエーハであるため大口径化が可能であり、しかも比較的安価に得られるので、高品質な S O I ウエーハの製造コストの低減を図ることができる。

15 次に本発明の製造方法は、チョクラルスキー法によりシリコン単結晶を育成する際に、窒素をドーピングしながら結晶全面が N-領域となり、かつ格子間酸素濃度が 8 p p m a 以下となる条件で引上げた単結晶から製造するシリコン単結晶ウエーハの製造方法である。

20 このように、実質的な無欠陥ウエーハは、格子間酸素濃度を 8 p p m a 以下に制御しながら、窒素をドーピングすることにより拡大された N-領域を使用して引上げることができる。これにより、引上げ速度 F と F / G 値の N-領域マージンを格段に増加することができ、従来に比べ高生産性、高歩留りが実現できる。引上げられた結晶からウエーハへの加工は公知の方法で行えばよい。

25 この場合、この無欠陥ウエーハは、ドーピングする窒素濃度を $1 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上とし、かつ結晶全面が N-領域となる条件として、F / G (F : 引上速度、G : 結晶固液界面の温度勾配) 値が結晶面内の全ての位置で $0.14 \sim 0.22 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ の範囲内で育成した単結晶から製造することができる。

このように、引上げ条件として具体的に窒素濃度が $1 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上であれば、 F/G を $0.14 \sim 0.22 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ の範囲内に制御すればよく、容易に制御することができる。

さらにこの場合、ドーピングする窒素濃度を $5 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上とし、かつ結晶全面が N-領域となる条件として、 F/G 値が結晶面内の全ての位置で $0.12 \sim 0.24 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ の範囲内で育成した単結晶から製造することが好ましい。

このように、ドーピングする窒素濃度が $5 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上の場合には、 F/G 値は $0.12 \sim 0.24 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ の範囲でよいので、制御幅が広く、非常に制御が容易である。

本発明のシリコン単結晶ウエーハの製造方法では、前記製造方法により製造されたシリコン単結晶ウエーハに熱処理を施すのが好ましい。

このように、本発明の製造方法により製造されたシリコン単結晶ウエーハは、その酸素濃度が 8 ppm 以下であるので、OSF が発生することはないが、残存している微小な酸素析出物が表面に出ると若干耐圧特性を劣化させる場合がある。そこで、表面に熱処理を施して、その微小な酸素析出物を溶解させることにより、より確実に高品質ウエーハを得ることができる。

この場合、熱処理を急速加熱・急速冷却装置（RTA 装置、Rapid Thermal Annealer）を用いて行うことが望ましい。

この装置は、枚葉式の自動連続熱処理装置であって、熱処理前後の加熱、冷却を数秒～数百秒で行うので、弊害の多い長時間の熱履歴をウエーハに与えることなく、数秒～数百秒の短時間の効果的な熱処理を施すことができる。

また、表面に露出した微小な酸素析出物は、高温短時間の RTA プロセスのアルゴン、水素等によるアニールで簡単に消滅させることができる。さらに、より強力に IG 能力を付加したい場合には、窒素雰囲気での RTA プロセス等により、IG 能力を増加させることもできる。

以上説明したように本発明によれば、窒素ドーピング CZ 結晶の引上げ結

晶中に含まれる酸素濃度を 5 p p m a 以下の極低酸素にすることにより、N 領域中の O S F 領域の有無に拘らず、拡大した N 領域を有効に利用できるようになり、従来法に比べて極めて高生産性、高歩留り、低コストでボイド型欠陥も O S F も転位クラスターもない無欠陥シリコン単結晶
5 ウェーハを製造することが可能となる。この場合、ゲッタリング能力を付加したければ、P B S 等の方法を追加すればよい。

また、酸素濃度を 5 ~ 8 p p m a として、窒素ドーピングにより拡大する O S F 領域を利用すれば、O S F を発生せず、O S F 核起因の転位ループの発生のない結晶から無欠陥ウェーハを開発した。しかも微小酸素析
10 出物が存在するので I G 能力を持つものとなる。この場合、微小酸素析出物で耐圧特性が若干劣化することがあるので、R T A 装置等で熱処理にかければ耐圧特性を向上させることができる。さらに、このような実質的に無欠陥ウェーハを S O I 層として使用すれば、ボイド型欠陥が S O I 層を貫通するために生ずる不良が発生せず、また、C Z ウェーハで
15 あるため大口径化が可能であり、しかも比較的安価に得られるので、高品質の S O I ウェーハの製造コスト低減を図ることができる。

図面の簡単な説明

図 1 は、本発明で使用した C Z 法による単結晶引上げ装置の概略説明
20 図である。

図 2 は、本発明で使用した急速加熱・急速冷却装置の一例を示す概略説明図である。

発明を実施するための最良の形態

25 以下、本発明につき詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。説明に先立ち各用語につき予め解説しておく。

1) F P D (F l o w P a t t e r n D e f e c t) とは、成長後のシリコン単結晶棒からウェーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、 $K_2Cr_2O_7$ と弗酸と

水の混合液で表面を無攪拌でエッチング（S e c c o エッチング）することによりピットおよびさざ波模様が生じる。このさざ波模様を F P D と称し、ウェーハ面内の F P D 密度が高いほど酸化膜耐圧の不良が増える（特開平 4 - 1 9 2 3 4 5 号公報参照）。

5 2) S E P D (S e c c o E t c h P i t D e f e c t) とは、F P D と同一の S e c c o エッチングを施した時に、流れ模様 (f l o w p a t t e r n) を伴うものを F P D と呼び、流れ模様を伴わないものを S E P D と呼ぶ。この中で 1 0 μ m 以上の大きい S E P D (L S E P D) は転位クラスターに起因すると考えられ、デバイスに転位クラスターが存在する場合、この転位を通じて電流がリークし、P - N ジャンクションとしての機能を果たさなくなる。

15 3) L S T D (L a s e r S c a t t e r i n g T o m o g r a p h y D e f e c t) とは、成長後のシリコン単結晶棒からウェーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、ウェーハを劈開する。この劈開面より赤外光を入射し、ウェーハ表面から出た光を検出することでウェーハ内に存在する欠陥による散乱光を検出することができる。ここで観察される散乱体については学会等ですでに報告があり、酸素析出物とみなされている (J . J . A . P . V o l . 3 2 , P 3 6 7 9 , 1 9 9 3 参照) 。また、最近の研究では、八面体のボイド (穴) であるという結果も報告されている。

20 4) C O P (C r y s t a l O r i g i n a t e d P a r t i c l e) とは、ウェーハの中心部の酸化膜耐圧を劣化させる原因となる欠陥で、S e c c o エッチでは F P D になる欠陥が、S C - 1 洗浄 ($\text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 1 : 1 : 10$ の混合液による洗浄) では選択エッチング液として働き、C O P になる。このピットの直径は 1 μ m 以下で光散乱法で調べる。

5) L / D (L a r g e D i s l o c a t i o n : 格子間転位ループの略号) には、L S E P D 、L F P D 等があり、転位ループ起因と考えられている欠陥である。L S E P D は、上記したように S E P D の中

でも $10\ \mu\text{m}$ 以上の大きいものをいう。また、LFPD は、上記した FPD の中でも先端ピットの大きさが $10\ \mu\text{m}$ 以上の大きいものをいい、こちらにも転位ループ起因と考えられている。

5 従来方法により F/G を制御して作製される無欠陥結晶は、N-領域となる引上げ速度が低速であり、また、F/G のマージンも少ないため、生産性、歩留まり共に低かった。

これに対し、本発明者らが先に特願平 11-022919 号で提案したように、窒素をドーピングして F/G を制御した場合、N-領域、すなわち、ボイド型欠陥 (FPD, COP 等) が存在せず I-リッチ領域に見られるような転位クラスターも存在しない領域は大きく拡大するが、その殆どは OSF 領域を含む領域の拡大であり、無欠陥ウエーハとして実際に使用することのできる OSF 領域を含まない N-領域の拡大は比較的少ないので、その部分の引上げ速度は従来方法に比べてさほど向上しない。つまり、F/G のマージンがある程度拡大することにより、無欠陥結晶の製造歩留りの向上は期待できるが、生産性はさほど変化がないということになる。

また、この窒素をドーピングした場合の OSF 領域は、窒素ノンドープの OSF 領域に比べて OSF 核の密度が数倍高く、さらにその OSF 核が起因となって発生する転位ループが存在し、デバイスに悪影響を及ぼすため、実際には使用することが困難なものであった。

そこで本発明者らは先ず、無欠陥結晶の生産性を向上し製造コストを下げるために、窒素ドーピングにより拡大した OSF 領域を有効に利用する方法を考えた。すなわち、この領域にはボイド型欠陥が存在せず、I-リッチ領域に見られるような転位クラスターも存在せず、しかも比較的高速で育成可能で、かつ F/G のマージンが広いためである。

このように OSF 領域を含む N-領域で引上げた結晶も無欠陥ウエーハとして使用することができるかどうかを検討した結果、引上げ結晶中に含まれる酸素濃度を極低酸素にすれば、OSF を不活性にすることができる (デバイス特性に影響を与えない) ことを見出した。すなわち、

OSFが不活性であれば拡大N-領域を有効に利用できるもので、従来に比べて極めて高生産性、高歩留りで無欠陥ウエーハを製造することが可能となる。

そこで、この窒素ドーピングによる拡大OSF領域と酸素濃度の関係に注目し、詳細な実験と調査を行った。

その結果、酸素濃度が高い場合（18 ppm a（日本電子工業振興協会（JEIDA）規格）以上）には、1150℃／100分、ウェットO₂雰囲気下のOSFテストによってOSFが発生した。また、セコエッチング（Secco Etching）により転位ループが高密度に観察されたが、酸素濃度が10 ppm a以下になると、OSFおよび転位ループの密度は減少し、さらに8 ppm a以下になると、OSFや転位ループは全く発生しなくなった。つまり、この窒素ドーピングにより拡大したOSF領域を使用しても、酸素濃度を8 ppm a以下にすることにより、OSFを不活性にできるということになり、ボイド型欠陥、転位クラスター、OSF、およびOSF上の転位ループ等の無い無欠陥シリコン単結晶が、高生産性および高歩留まりで製造可能であることが判明した。

次にこれらの結晶の酸化膜耐圧特性について調査した。その結果、酸素濃度が低下するほど、良好な耐圧特性を示す結果となった。これは、OSF核となり得る酸素析出物のサイズに依存しているものと思われる。すなわち、酸素濃度の低下に伴い酸素析出物のサイズが小さくなり、酸化膜耐圧特性に影響しにくくなったものと考えられる。そして、酸素濃度が5 ppm a以下になると、耐圧特性（TZDB）は良品率がほぼ100%となった。

但し、5 ppm a以下の酸素濃度のウエーハでは析出物もなく低酸素であるため、ゲッタリング能力が殆どなくなる。よって、程良くゲッタリング能力（IG能力）も必要な場合の酸素濃度は5～8 ppm aまでの選択となる。

実際の引上げ方法においては、OSF領域の発生は窒素濃度によって

変化する。例えば窒素濃度が $1 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上のときは、 F/G 値を引上げ結晶の面内全ての位置で、 $0.14 \sim 0.22 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ の範囲内で結晶を育成し、酸素濃度を 8 ppm 以下に調整すれば、全面が潜在的に OSF 核を持っている領域（潜在 OSF 領域：酸素濃度が 8 ppm を超えれば OSF が発生する領域）となる。

ここで、酸素濃度の制御方法は従来より慣用されているように、ルツボ回転速度や磁場印加、そしてガス流の制御等によりコントロールすることができる。

また、窒素濃度が高くなれば、この潜在 OSF 領域もさらに拡大し、例えば窒素を $5 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上ドーピングした場合は、 F/G 値を引上げ結晶の面内すべての位置で、 $0.12 \sim 0.24 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ の範囲内で結晶を育成すればよい。

このような方法によれば、単結晶の育成が高速成長かつ広いマージンで可能となる。次いでこれを通常の方法に従い、スライス、面取り、研削、エッチング、鏡面仕上げ研磨等の工程を経てウエーハに加工すれば、ボイドも OSF も転位クラスターも、さらには OSF 上の転位ループも存在しない無欠陥シリコン単結晶ウエーハを製造することができる。

ここでさらにウエーハの機能を高めるために、デバイスの作製が予定される主面の反対側の主表面に PBS 、 BSD 等の EG 処理を施しても良い。特に、 5 ppm 以下の低酸素の場合は、様々な欠陥が完全にフリーとなる結晶であるため、欠陥や電気特性は大変良好であるが、バルクの欠陥も存在しないため、ゲッタリング能力に欠ける。よって、デバイス製造ラインによってゲッタリング能力が必要とされる場合には、 PBS 、 BSD 等の EG 処理を行い、ゲッタリング能力を付加しても良い。

また、酸素濃度が $8 \sim 5 \text{ ppm}$ の場合には、 OSF は発生させないが、微小な析出物が残存している。よってゲッタリング能力は上記のウエーハよりもあるが、微小析出物が表面に出ると、若干耐圧特性を劣化させる場合がある。そこで、この場合は何らかの熱処理を施すことにより、表面のみその微小な酸素析出物を溶解させてしまえば良く、例えば、

R T A プロセスにおいて、アルゴン、水素、窒素等の雰囲気下でのアニールで簡単に消滅させることができる。この場合、この析出物は非常に小さいため、R T A 装置の高温短時間プロセスでも十分消滅させることが可能である。

- 5 ここで、R T A プロセスとは、熱処理を R T A 装置 (R a p i d T h e r m a l A n n e a l e r 、急速加熱・急速冷却装置) を用いて行う工程であって、この装置は、枚葉式の自動連続熱処理装置であり、熱処理前後の加熱、冷却を数秒～数百秒で行うので、弊害の多い長時間の熱履歴をウエーハに与えることなく、数秒～数百秒の短時間の効果的な熱処理を施すことができるものである。

さらに、どのウエーハに対しても、より強力にゲッタリング能力を付加したい場合には、すでに良く知られている、窒素雰囲気下での R T A プロセス等により、ゲッタリング能力を増加させてもよい。

- 15 加えて、このような実質的に無欠陥であるシリコン単結晶ウエーハを S O I 層として使用すれば、ボイド型欠陥が S O I 層を貫通するために生ずる不良が発生することはない。すなわち、例えば 2 枚のシリコンウエーハを酸化膜を介して貼り合わせた後、デバイス作製側基板を薄膜化して S O I 層を作製する際に、貼り合わせるシリコンウエーハの内、少なくとも S O I 層となるデバイス作製側基板を本発明のシリコンウエーハとすれば、薄膜化後の S O I 層にも欠陥は存在せず、極めて良好な特性を有するものとなる。

また、C Z ウエーハであるため大口径化が可能であり、しかも比較的安価に得られるので、高品質の S O I ウエーハの製造コストの低減を図ることができる。

- 25 次に、本発明で使用する C Z 法による単結晶引上げ装置の構成例を図 1 により説明する。図 1 に示すように、この単結晶引上げ装置 30 は、引上げ室 31 と、引上げ室 31 中に設けられたルツボ 32 と、ルツボ 32 の周囲に配置されたヒータ 34 と、ルツボ 32 を回転させるルツボ保持軸 33 およびその回転機構 (図示せず) と、シリコンの種結晶 5 を保

持するシードチャック 6 と、シードチャック 6 を引上げるワイヤ 7 と、ワイヤ 7 を回転又は巻き取る巻取機構（図示せず）を備えて構成されている。ルツボ 3 2 は、その内側のシリコン融液（湯） 2 を收容する側には石英ルツボが設けられ、その外側には黒鉛ルツボが設けられている。

5 また、ヒータ 3 4 の外側周囲には断熱材 3 5 が配置されている。

また、本発明の製造方法に関わる製造条件を設定するために、結晶 1 の固液界面 4 の外周に環状の固液界面断熱材 8 を設け、その上に上部圍繞断熱材 9 が配置されている。この固液界面断熱材 8 は、その下端とシリコン融液 2 の湯面 3 との間に 3 ～ 5 c m の隙間 1 0 を設けて設置されている。上部圍繞断熱材 9 は条件によっては使用しないこともある。さらに、冷却ガスを吹き付けたり、輻射熱を遮って単結晶を冷却する不図示の筒状の冷却装置を設けてもよい。

別に、最近では引上げ室 3 1 の水平方向の外側に、図示しない磁石を設置し、シリコン融液 2 に水平方向あるいは垂直方向等の磁場を印加することによって、融液の対流を抑制し、単結晶の安定成長をはかる、いわゆる M C Z 法が用いられることも多い。

次に、上記の単結晶引上げ装置 3 0 による窒素ドーブ単結晶育成方法について説明する。

まず、ルツボ 3 2 内でシリコンの高純度多結晶原料を融点（約 1 4 2 0 ° C）以上に加熱して融解する。この時、窒素をドーブするために、例えば窒化膜付きシリコンウエーハを投入しておく。次に、ワイヤ 7 を巻き出すことにより融液 2 の表面略中心部に種結晶 5 の先端を接触又は浸漬させる。その後、ルツボ保持軸 3 3 を適宜の方向に回転させるとともに、ワイヤ 7 を回転させながら巻き取り種結晶 5 を引上げるることにより、単結晶育成が開始される。以後、引上げ速度と温度を適切に調節することにより略円柱形状の窒素をドーブした単結晶棒 1 を得ることができる。

この場合、本発明では、結晶内の温度勾配を制御するために、図 1 に示したように、前記固液界面断熱材 8 の下端とシリコン融液 2 の湯面 3

との隙間 10 の間隔を調整するとともに、引上げ室 31 の湯面上の単結晶棒 1 中の液状部分の外周空間において、湯面近傍の結晶の温度が例えば 1420℃から 1400℃までの温度域に環状の固液界面断熱材 8 を設け、その上に上部囲繞断熱材 9 を配置するようにしている。さらに、
5 必要に応じてこの断熱材の上部に結晶を冷却する装置を設けて、これに上部より冷却ガスを吹きつけて結晶を冷却できるものとし、筒下部に輻射熱反射板を取り付けて制御するようにしてもよい。

引上げ中に、ルツボ回転数、結晶回転数、導入ガス流量、雰囲気圧力、印加磁場の強度や方向を制御することによって、結晶中の酸素濃度を 8
10 ppm 以下となるようにすることができる。例えば、ルツボ回転数を低く、ガス流量を多く、圧力を低く、磁場を強くすることによって、酸素を所望の値以下に低減化させることができる。

次に、得られた窒素含有シリコン単結晶棒を、例えばスライス、面取り、研削、エッチング、鏡面仕上げ研磨することによって、本発明のウ
15 エーハに加工することができる。もちろん、ウエーハ加工方法はこれに限定されるものではなく、通常用いられている方法であれば、いずれの方法であってもよい。

続いて得られたウエーハに熱処理を加えてウエーハ表面に残存していた微小な酸素析出物を溶解、消滅させるようにしてもよい。本発明では
20 この熱処理に急速加熱・急速冷却できる装置を使用することにした。この R T A 装置としては、熱放射によるランプ加熱器のような装置を挙げることができる。また、その他市販されているものとして、例えばシュティアック (STEAG) 社製、S H S - 2 8 0 0 のような装置を挙げることができ、これらは特別複雑で高価なものではない。

25 ここで、本発明で用いたシリコン単結晶ウエーハの急速加熱・急速冷却装置 (R T A 装置) の一例を示す。図 2 は、R T A 装置の概略図である。

図 2 の熱処理装置 20 は、石英からなるチャンバー 21 を有し、このチャンバー 21 内でウエーハを熱処理するようになっている。加熱は、

チャンバー 21 を上下左右から囲繞するように配置される加熱ランプ 22 によって行う。このランプはそれぞれ独立に供給される電力を制御できるようになっている。

5 ガスの供給側は、不図示の水素ガス供給源、アルゴン供給源及び窒素ガス供給源が接続されており、任意の混合比でこれらを混合してチャンバー 21 内に供給することができるようにされている。

10 ガスの排気側は、オートシャッター 23 が装備され、外気を封鎖している。オートシャッター 23 は、ゲートバルブによって開閉可能に構成される不図示のウエーハ挿入口が設けられている。また、オートシャッター 23 にはガス排気口が設けられており、炉内雰囲気圧力を調整できるようになっている。

15 そして、ウエーハ 28 は石英トレイ 24 に形成された 3 点支持部 25 の上に配置される。トレイ 24 のガス導入口側には、石英製のバッファ 26 が設けられており、導入ガスがウエーハ 28 に直接当たるのを防ぐことができる。

また、チャンバー 21 には不図示の温度測定用特殊窓が設けられており、チャンバー 21 の外部に設置されたパイロメータ 27 により、その特殊窓を通してウエーハ 28 の温度を測定することができる。

20 以上のような熱処理装置 20 によって、ウエーハを急速加熱・急速冷却する処理は次のように行われる。

まず、熱処理装置 20 に隣接して配置される、不図示のウエーハハンドリング装置によってウエーハ 28 を挿入口からチャンバー 21 内に入れ、トレイ 24 上に配置した後、オートシャッター 23 を閉める。チャンバー 21 内は所定の水素を含む還元性雰囲気で満たされる。

25 そして、加熱ランプ 22 に電力を供給し、ウエーハ 28 を例えば 1100℃～シリコンの融点、特には 1300℃以下の所定の温度に昇温する。この際、目的の温度になるまでに要する時間は例えば 20 秒程度である。次にその温度において所定時間保持することにより、ウエーハ 28 に高温熱処理を加えることができる。

所定時間経過し高温熱処理が終了したなら、ランプ 22 の出力を下げ
ウェーハ 28 の温度を下げる。本発明の熱処理方法は、熱処理における
最高温度から 700℃までの降温速度を 20℃/sec 以下とする方法
であるが、この方法を実施する際には、パイロメータ 27 でウェーハ 2
5 8 の温度を測定しつつ、従来 20～40 秒間程度の時間をかけ降温速度
30～60℃/sec で降温していたのを、ランプ 22 の出力を適当に
調整して降温速度を 20℃/sec 以下に低めるだけで良い。従って、
従来から使用されている RTA 装置にほとんど改造を加えずに、本発明
の方法を実施することができる。最後に、ウェーハの降温が終了したら
10 ウェーハハンドリング装置によってウェーハを取り出すことにより、熱
処理を完了する。

降温時間を短縮したい時は、パイロメータ 27 で測定したウェーハ 2
8 の温度が 700℃未満になったら、例えばランプ 22 の出力を OFF
にしてウェーハ 28 を急冷するようにすれば良い。あるいは、ウェーハ
15 ハンドリング装置によってウェーハ 28 を取り出して室温の空間に移動
させることによって、700℃未満の降温速度を速めて降温時間を短
縮することができる。

以下、本発明の具体的な実施例を挙げて説明するが、本発明はこれら
に限定されるものではない。

(実施例 1)

図 1 に示した引上げ装置 30 で、18 インチ石英ルツボに原料多結晶
シリコンをチャージし、直径 6 インチ、方位<100>、導電型 P 型の
シリコン単結晶棒を引上げた。シリコン融液には 3000 ガウスの水平
25 磁場を印加し、対流を抑制した。引上げ速度を 0.49～0.77 mm
/min の範囲で変化させて結晶を育成した。

また、湯面から環状の固液界面断熱材の下端までは、4 cm の空間と
し、その上に 10 cm 高さの環状固液界面断熱材を配置し、湯面から引
上げ室天井までの高さをルツボ保持軸を調整して 30 cm に設定し、上

部围绕断熱材を配備した。

窒素ドーピングは、窒化膜付きウエーハの投入量を調整して行い、酸素濃度は、 4 ppm a (JEIDA) となるように制御した。そして、結晶中心部での F/G 値を $0.14 \sim 0.22 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ の範囲内で引上げた。

ここで得られた単結晶棒の窒素濃度が計算上 $2 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ となる部分からウエーハを切り出し、鏡面加工を施してシリコン単結晶の鏡面ウエーハを作製し、ボイド型欠陥 (FPD、LSPD、COP) や転位クラスターの測定を行った。また、熱酸化処理を施してOSFリング発生の有無を確認した。

その結果、結晶全長で上記グローイン欠陥もOSFも観察されなかった。

次に、このウエーハの酸化膜耐圧特性について評価した。まず、TZDBのCモード収率を求めた。ウエーハの表面にリンドーピングポリシリコン電極 (酸化膜厚 25 nm 、電極面積 8 mm^2) を作製し、判定電流値 $1 \text{ mA} / \text{cm}^2$ で評価した絶縁破壊電界 $8 \text{ MV} / \text{cm}$ 以上の良品率で評価した。

また、TDDBのγモード収率についても測定を行った。これは上記リンドーピングポリシリコン電極にストレス電流 $0.01 \text{ nA} / \text{cm}^2$ を継続的に流し、電荷量 $25 \text{ C} / \text{cm}^2$ 以上で絶縁破壊が発生するものを良品として、その良品率で評価した。

測定の結果、TZDBは100%であり、TDDBは平均94%と高い良品率を示した。したがって、本発明のシリコンウエーハは酸化膜耐圧特性に優れており、このウエーハをデバイス作製に用いた場合、デバイス特性の向上と歩留りの向上が期待できる。

(比較例1)

比較例として窒素ドーピングを行わず、引上げ速度を $0.42 \sim 0.84 \text{ mm} / \text{min}$ として引上げた以外は実施例1と全く同様の条件でシリコ

ン単結晶棒の引上げを行い、シリコンウエーハを作製した。そして、実施例と同様にグローイン欠陥の測定とOSFの有無を測定した。

その結果、ウエーハが切り出された単結晶棒の部位によっては、グローイン欠陥やOSFリングが観察された。これは、窒素をドーブしない場合は、OSFが無いN-領域は極めて狭い範囲であり、安定して全面N-領域ウエーハを製造することは難しいことを意味している。

(実施例2)

原料に投入する窒素膜付きウエーハを増加させ、酸素濃度を7 ppm a (JEIDA) に制御し、結晶中心部でのF/G値を0.12~0.24 mm²/K・minの範囲内で引上げた以外は、実施例1と同様に
10 して、窒素がドーブされたシリコン単結晶棒を引上げた。

次に、得られた単結晶棒の窒素濃度が計算上 $6 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ となる部分からウエーハを切り出し、このウエーハに、800℃×4時間+
15 1000℃×16時間の熱処理を施した。そして、熱処理後のウエーハの内部欠陥密度を測定した。

内部欠陥密度の測定は、OPP (Optical Precipitate Profiler、バイオラッド社製) を用いて測定した。

測定結果は $5 \times 10^8 \sim 1 \times 10^9$ ケ/cm³ となり、極低酸素でありながら、内部欠陥密度はそれほど低くないことが判った。このことは、
20 このウエーハのゲッタリング効果の高さを示すものである。

(比較例2)

比較として窒素ドーブを行わず、実施例2と同様に酸素濃度を7 ppm a (JEIDA) としてシリコン単結晶棒を引上げた。実施例2と同様に、得られた単結晶棒からウエーハを切り出し、このウエーハに、800℃×4時間+1000℃×16時間の熱処理を施した。そして、熱
25 処理後のウエーハの内部欠陥密度を実施例2と同様にOPPを用いて測定した。

測定結果は、 $1 \times 10^6 \sim 1 \times 10^7$ ケ／ cm^3 と低い数値に留まった。これは、窒素をドーピングしていない場合は酸素析出が促進されないためであると考えられる。

5 なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

10 例えば、上記実施形態においては、直径 6 インチのシリコン単結晶を育成する場合につき例を挙げて説明したが、本発明はこれには限定されず、窒素をドーピングしながら低酸素濃度で結晶全面が N ー領域となるように制御すれば、直径 8 ～ 16 インチあるいはそれ以上のシリコン単結晶にも適用できる。

15 また、本発明の CZ 法には、CZ 法によって窒素をドーピングしたシリコン単結晶棒を育成する際に、融液に磁場を印加するいわゆる MCZ 法も含まれることは言うまでもない。

請 求 の 範 囲

1. チョクラルスキー法によって育成されたシリコン単結晶ウエーハであって、窒素がドーピングされ、全面N-領域からなり、かつ格子間酸素濃度が8 p p m a 以下であることを特徴とするシリコン単結晶ウエーハ。
5
2. チョクラルスキー法によって育成されたシリコン単結晶ウエーハであって、窒素がドーピングされ、全面から少なくともボイド型欠陥と転位クラスターが排除されており、かつ格子間酸素濃度が8 p p m a 以下であることを特徴とするシリコン単結晶ウエーハ。
10
3. 前記格子間酸素濃度が5 p p m a 以下であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載したシリコン単結晶ウエーハ。
- 15 4. 前記ドーピングされた窒素濃度が $1 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上であることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれか1項に記載したシリコン単結晶ウエーハ。
- 20 5. 前記ドーピングされた窒素濃度が $5 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上であることを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載したシリコン単結晶ウエーハ。
- 25 6. 前記請求項1ないし請求項5のいずれか1項に記載したシリコン単結晶ウエーハの一主面に、EG処理が施されていることを特徴とするシリコン単結晶ウエーハ。
7. 前記請求項1ないし請求項6のいずれか1項に記載したシリコン単結晶ウエーハを、SOI層として用いたことを特徴とするSOIウエーハ。

8. チョクラルスキー法によりシリコン単結晶を育成する際に、窒素をドーピングしながら結晶全面がN-領域となり、かつ格子間酸素濃度が8 ppm以下となる条件で引上げた単結晶から製造することを特徴とするシリコン単結晶ウエーハの製造方法。
9. 前記ドーピングする窒素濃度を $1 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上とし、かつ結晶全面がN-領域となる条件として、 F/G (F : 引上速度、 G : 結晶固液界面の温度勾配) 値が結晶面内の全ての位置で $0.14 \sim 0.22 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ の範囲内で育成した単結晶から製造することを特徴とする請求項8に記載したシリコン単結晶ウエーハの製造方法。
10. 前記ドーピングする窒素濃度を $5 \times 10^{14} / \text{cm}^3$ 以上とし、かつ結晶全面がN-領域となる条件として、 F/G 値が結晶面内の全ての位置で $0.12 \sim 0.24 \text{ mm}^2 / \text{K} \cdot \text{min}$ の範囲内で育成した単結晶から製造することを特徴とする請求項8に記載したシリコン単結晶ウエーハの製造方法。
11. 前記請求項8ないし請求項10のいずれか1項に記載した製造方法により製造されたシリコン単結晶ウエーハに熱処理を施すことを特徴とするシリコン単結晶ウエーハの製造方法。
12. 前記熱処理を急速加熱・急速冷却装置により行うことを特徴とする請求項11に記載したシリコン単結晶ウエーハの製造方法。

1 / 1

図 1

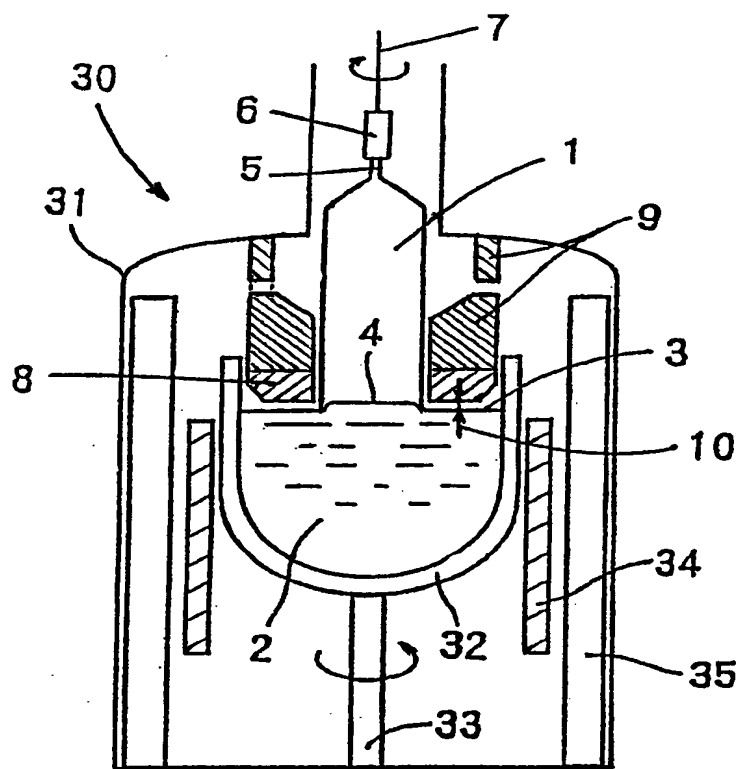
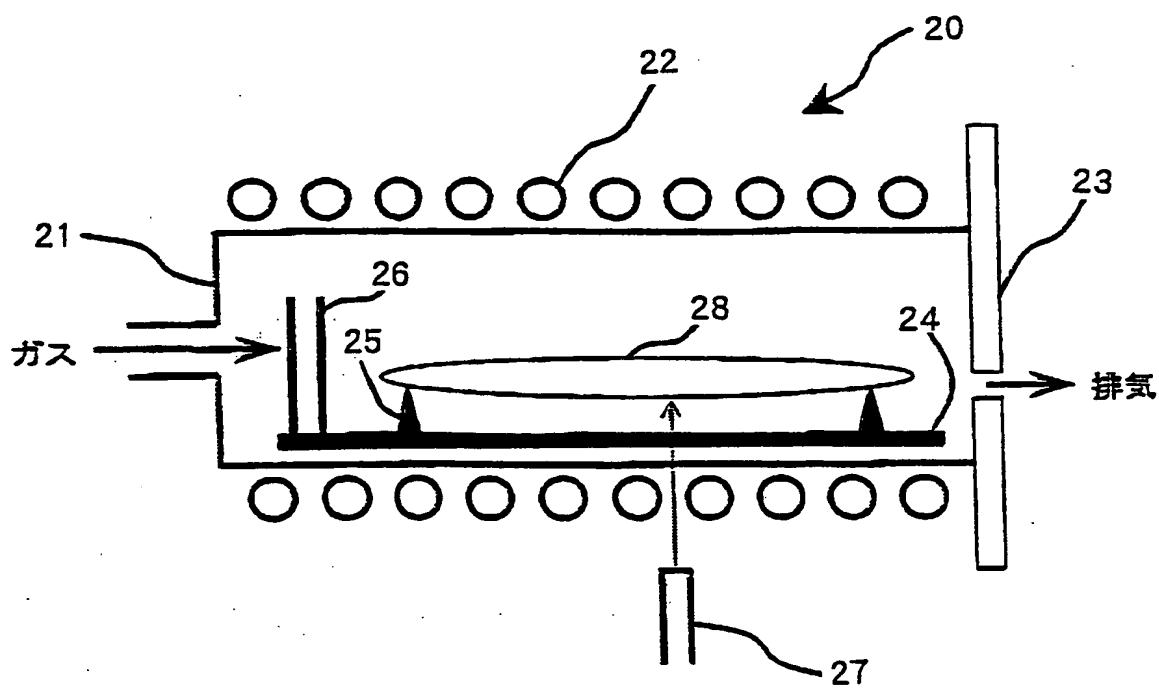


図 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/07809

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C30B29/06, C30B15/20, C30B33/02, H01L21/26,
H01L21/322, H01L27/12

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C30B1/00-35/00, H01L21/26, H01L21/322,
H01L27/12

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAS ONLINE, JICST FILE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	M. Iida et al., "EFFECTS OF LIGHT ELEMENT IMPURITIES ON THE FORMATION OF GROWN-IN DEFECTS FREE REGION OF CZOCHRALSKI SILICON SINGLE CRYSTAL", Electrochemical Society Proceedings, Vol. 99-1, papers presented during the 195 th meeting of the electrochemical society, May 2-7, 1999, in Seattle Wash., pp. 499-510 EXPERIMENTAL, pages 503, lines 33-44; Fig.9	1-4, 8-9, 11 5-7, 10-12
Y	Wataru OHASHI et al., "Chisso Tenka CZ-Si Kesshou Kekkan Seigyo (No.1)", 28 March, 1999 (28.03.99), Dai 46kai, Oyou Butsurigaku Kankei Rengou Kouenkai Kouen Yokoshu (Oyou Butsuri Gakkai, Tokyo) p.468, middle paragraph separate Vol. 1	5, 10-11
Y	EP, 948037, A1 (SUMITOMO METAL INDUSTRIES, LTD.), 06 October, 1999 (06.10.99), Par. No. [0004] & WO, 9805063, A1 & JP, 10-50715, A	6
Y	JP, 11-307747, A (NEC Corporation), 05 November, 1999 (05.11.99),	7

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
30 January, 2001 (30.01.01)

Date of mailing of the international search report
13 February, 2001 (13.02.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.


INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/07809

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
	Par. Nos. [0012] to [0016] & FR, 2782572, A1	
Y	JP, 11-260677, A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 24 September, 1999 (24.09.99), Par. Nos. [0007] to [0012] & US, 6129787, A & DE, 19900091, A1	12
A	EP, 962555, A1 (Wacker Siltronic Gesellschaft für Halbleitermaterialien Aktiengesellschaft), 08 December, 1999 (08.12.99), & DE, 19823962 A1, & JP, 2000-7486, A	1-12

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. ⁷ C30B29/06, C30B15/20, C30B33/02, H01L21/26, H01L21/322, H01L27/12		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. ⁷ C30B1/00-35/00, H01L21/26, H01L21/322, H01L27/12		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1926-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2001年 日本国登録実用新案公報 1994-2001年 日本国実用新案登録公報 1996-2001年		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) CAS ONLINE, JICST科学技術文献ファイル		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	M. Iida et al., "EFFECTS OF LIGHT ELEMENT IMPURITIES ON THE FORMATION OF GROWN-IN DEFECTS FREE REGION OF CZOCHRALSKI SILICON SINGLE CRYSTAL", Electrochemical Society Proceedings, Vol. 99-1, papers presented during the 195th meeting of the electrochemical society, May 2-7, 1999, in Seattle Wash., p. 499-510 EXPERIMENTAL, 第503頁第33-44行, Fig. 9	1-4, 8-9, 11 5-7, 10-12
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 30.01.01	国際調査報告の発送日 13.02.01	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 三崎 仁  4G 2927 電話番号 03-3581-1101 内線 3416	

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	大橋渡 等, 「窒素添加CZ-Si結晶欠陥制御(その1)」, 28.3月. 1999(28.03.99), 第46回応用物理学関係連合講演会講演予稿集第1 分冊(応用物理学会, 東京) p. 468 中段	5, 10-11
Y	EP, 948037, A1 (SUMITOMO METAL INDUSTRIES, LTD.), 6.10月.1999 (06.10.99) 段落【0004】 & WO, 9805063, A1 & JP, 10-50715, A	6
Y	JP, 11-307747, A (日本電気株式会社), 5.11月.1999(05.11.99) 段落【0012】 - 【0016】 & FR, 2782572, A1	7
Y	JP, 11-260677, A (住友金属工業株式会社), 24.9月.1999(24.09.99) 段落【0007】 - 【0012】 & US, 6129787, A & DE, 19900091, A1	12
A	EP, 962555, A1 (Wacker Siltronic Gesellschaft für Halbleitermaterialien Aktiengesellschaft), 8.12月.1999 (08.12.99) & DE, 19823962 A1, & JP, 2000-7486, A	1-12

PCT REQUEST

99 00111WO

Original (for SUBMISSION) - printed on 09.07.2001 04:59:31 PM

0	For receiving Office use only	
0-1	International Application No.	
0-2	International Filing Date	09/869912
0-3	Name of receiving Office and "PCT International Application"	
0-4	Form - PCT/RO/101 PCT Request	
0-4-1	Prepared using	PCT-EASY Version 2.91 (updated 01.01.2001)
0-5	Petition The undersigned requests that the present international application be processed according to the Patent Cooperation Treaty	
0-6	Receiving Office (specified by the applicant)	Japanese Patent Office (RO/JP)
0-7	Applicant's or agent's file reference	99 00111WO
I	Title of invention	SILICON SINGLE CRYSTAL WAFER, METHOD FOR PRODUCING THE SAME AND SOI WAFER
II	Applicant	
II-1	This person is:	applicant only
II-2	Applicant for	all designated States except US
II-4	Name	Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.
II-5	Address:	4-2 Marunouchi 1-chome Chiyoda-ku, Tokyo 100-0005 Japan
II-6	State of nationality	JP
II-7	State of residence	JP
II-8	Telephone No.	03-3214-1831
II-9	Facsimile No.	03-3215-9040
III-1	Applicant and/or inventor	
III-1-1	This person is:	applicant and inventor
III-1-2	Applicant for	US only
III-1-4	Name (LAST, First)	IIDA, Makoto
III-1-5	Address:	c/o Isobe R&D Center, Shin-Etsu Handotai Co., Ltd. 13-1, Isobe 2-chome Annaka-shi, Gunma 379-0196 Japan
III-1-6	State of nationality	JP
III-1-7	State of residence	JP

PCT REQUEST

99 00111WO

Original (for SUBMISSION) - printed on 09.07.2001 04:59:31 PM

III-2	Applicant and/or inventor	
III-2-1	This person is:	applicant and inventor
III-2-2	Applicant for	US only
III-2-4	Name (LAST, First)	KIMURA, Masanori
III-2-5	Address:	c/o Isobe R&D Center, Shin-Etsu Handotai Co., Ltd. 13-1, Isobe 2-chome, Annaka-shi, Gunma 379-0196 Japan
III-2-6	State of nationality	JP
III-2-7	State of residence	JP
IV-1	Agent or common representative; or address for correspondence The person identified below is hereby/has been appointed to act on behalf of the applicant(s) before the competent International Authorities as:	agent
IV-1-1	Name (LAST, First)	YOSHIMIYA, Mikio
IV-1-2	Address:	Uenosansei Bldg. 4F 6-4, Motoasakusa 2-chome Taito-ku, Tokyo 111-0041 Japan
IV-1-3	Telephone No.	03-3844-4501
IV-1-4	Facsimile No.	03-3844-4505
IV-1-5	e-mail	jdw07652@nifty.ne.jp
V	Designation of States	
V-1	Regional Patent (other kinds of protection or treatment, if any, are specified between parentheses after the designation(s) concerned)	EP: AT BE CH&LI CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE TR and any other State which is a Contracting State of the European Patent Convention and of the PCT
V-2	National Patent (other kinds of protection or treatment, if any, are specified between parentheses after the designation(s) concerned)	KR US
V-5	Precautionary Designation Statement In addition to the designations made under items V-1, V-2 and V-3, the applicant also makes under Rule 4.9(b) all designations which would be permitted under the PCT except any designation(s) of the State(s) indicated under item V-6 below. The applicant declares that those additional designations are subject to confirmation and that any designation which is not confirmed before the expiration of 15 months from the priority date is to be regarded as withdrawn by the applicant at the expiration of that time limit.	
V-6	Exclusion(s) from precautionary designations	NONE

PCT REQUEST

99 00111WO

Original (for SUBMISSION) - printed on 09.07.2001 04:59:31 PM

VI-1	Priority claim of earlier national application		
VI-1-1	Filing date	12 November 1999 (12.11.1999)	
VI-1-2	Number	11-322487	
VI-1-3	Country	JP	
VII-1	International Searching Authority Chosen	Japanese Patent Office (JPO) (ISA/JP)	
VIII	Check list	number of sheets	electronic file(s) attached
VIII-1	Request	4	-
VIII-2	Description	20	-
VIII-3	Claims	2	-
VIII-4	Abstract	1	-
VIII-5	Drawings	1	-
VIII-7	TOTAL	28	
	Accompanying items	paper document(s) attached	electronic file(s) attached
VIII-8	Fee calculation sheet	✓	-
VIII-16	PCT-EASY diskette	-	diskette
VIII-18	Figure of the drawings which should accompany the abstract	<no. >	
VIII-19	Language of filing of the international application	Japanese	
IX	Signature of applicant or agent		
IX-1	Name (LAST, First)		
IX-2	Capacity		

FOR RECEIVING OFFICE USE ONLY

10-1	Date of actual receipt of the purported international application	
10-2	Drawings:	
10-2-1	Received	
10-2-2	Not received	
10-3	Corrected date of actual receipt due to later but timely received papers or drawings completing the purported international application	
10-4	Date of timely receipt of the required corrections under PCT Article 11(2)	
10-5	International Searching Authority	ISA/JP
10-6	Transmittal of search copy delayed until search fee is paid	

FOR INTERNATIONAL BUREAU USE ONLY

11-1	Date of receipt of the record copy by the International Bureau	
-------------	---	--

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/07809

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ C30B29/06, C30B15/20, C30B33/02, H01L21/26,
H01L21/322, H01L27/12

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C30B1/00-35/00, H01L21/26, H01L21/322,
H01L27/12

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAS ONLINE, JICST FILE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	M. Iida et al., "EFFECTS OF LIGHT ELEMENT IMPURITIES ON THE FORMATION OF GROWN-IN DEFECTS FREE REGION OF CZOCHRALSKI SILICON SINGLE CRYSTAL", Electrochemical Society Proceedings, Vol. 99-1, papers presented during the 195 th meeting of the electrochemical society, May 2-7, 1999, in Seattle Wash., pp. 499-510 EXPERIMENTAL, pages 503, lines 33-44; Fig.9	1-4, 8-9, 11 5-7, 10-12
Y	Wataru OHASHI et al., "Chisso Tenka CZ-Si Kesshou Kekkan Seigyo (No.1)", 28 March, 1999 (28.03.99), Dai 46kai, Oyou Butsurigaku Kankei Rengou Kouenkai Kouen Yokoshu (Oyou Butsuri Gakkai, Tokyo) p.468, middle paragraph separate Vol. 1	5, 10-11
Y	EP, 948037, A1 (SUMITOMO METAL INDUSTRIES, LTD.), 06 October, 1999 (06.10.99), Par. No. [0004] & WO, 9805063, A1 & JP, 10-50715, A	6
Y	JP, 11-307747, A (NEC Corporation), 05 November, 1999 (05.11.99),	7

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
30 January, 2001 (30.01.01)

Date of mailing of the international search report
13 February, 2001 (13.02.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/07809

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim N .
	Par. Nos. [0012] to [0016] & FR, 2782572, A1	
Y	JP, 11-260677, A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 24 September, 1999 (24.09.99), Par. Nos. [0007] to [0012] & US, 6129787, A & DE, 19900091, A1	12
A	EP, 962555, A1 (Wacker Siltronic Gesellschaft für Halbleitermaterialien Aktiengesellschaft), 08 December, 1999 (08.12.99), & DE, 19823962 A1, & JP, 2000-7486, A	1-12

PCT

国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)
[PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 99 00111WO	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220)及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JP00/07809	国際出願日 (日.月.年) 07. 11. 00	優先日 (日.月.年) 12. 11. 99
出願人 (氏名又は名称) 信越半導体株式会社		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 3 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 _____ 図とする。 ☐ 出願人が示したとおりである。

☒ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. ⁷ C30B29/06, C30B15/20, C30B33/02, H01L21/26, H01L21/322, H01L27/12

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. ⁷ C30B1/00-35/00, H01L21/26, H01L21/322, H01L27/12

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2001年
日本国登録実用新案公報 1994-2001年
日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)
CAS ONLINE, JICST科学技術文献ファイル

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	M. Iida et al., "EFFECTS OF LIGHT ELEMENT IMPURITIES ON THE FORMATION OF GROWN-IN DEFECTS FREE REGION OF CZOCHRALSKI SILICON SINGLE CRYSTAL", Electrochemical Society Proceedings, Vol. 99-1, papers presented during the 195th meeting of the electrochemical society, May 2-7, 1999, in Seattle Wash., p. 499-510 EXPERIMENTAL, 第503頁第33-44行, Fig. 9	1-4, 8-9, 11 5-7, 10-12

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

30.01.01

国際調査報告の発送日

13.02.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

三崎 仁



4G

2927

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	大橋渡 等, 「窒素添加CZ-Si結晶欠陥制御(その1)」, 28.3月. 1999(28.03.99), 第46回応用物理学関係連合講演会講演予稿集第1 分冊(応用物理学会, 東京) p. 468 中段	5, 10-11
Y	EP, 948037, A1 (SUMITOMO METAL INDUSTRIES, LTD.), 6.10月.1999 (06.10.99) 段落【0004】 & WO, 9805063, A1 & JP, 10-50715, A	6
Y	JP, 11-307747, A (日本電気株式会社), 5.11月.1999(05.11.99) 段落【0012】 - 【0016】 & FR, 2782572, A1	7
Y	JP, 11-260677, A (住友金属工業株式会社), 24.9月.1999(24.09.99) 段落【0007】 - 【0012】 & US, 6129787, A & DE, 19900091, A1	12
A	EP, 962555, A1 (Wacker Siltronic Gesellschaft für Halbleitermaterialien Aktiengesellschaft), 8.12月.1999 (08.12.99) & DE, 19823962 A1, & JP, 2000-7486, A	1-12

